

## クロピラリド試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

クロピラリド

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

クロピラリド標準品 本品はクロピラリド99%以上を含む。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10.0 gに20%塩酸10 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて200 mLとする。抽出液の20 mLを採り、1 mol/L塩酸5 mLを加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

#### 2) 精製

##### (1) 多孔性ケイソウ土カラムクロマトグラフィー

多孔性ケイソウ土カラム（20 mL保持用）に1)で得られた溶液を注入し、5分間放置する。このカラムに*n*-ヘキサン100 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル150 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノール0.5 mLに溶解し、さらに水9.5 mLを加える。

##### (2) オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（910 mg）に水及びメタノール（19：1）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに(1)で得られた溶液を注入し、さらに水及びメタノール（19：1）混液5 mLを注入する。溶出液に20%塩酸1 mLを加える。

##### (3) 多孔性ケイソウ土カラムクロマトグラフィー

多孔性ケイソウ土カラム（20 mL保持用）に(2)で得られた溶液を注入し、5分間放置する。このカラムに酢酸エチル150 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び1%ギ酸（1：1）混液に溶解し、正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

クロピラリド標準品を1%ギ酸に溶解し、0.01~1 mg/L溶液を数点調製する。それぞれ10  $\mu$ LをLC/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液10  $\mu$ LをLC/MSに注入し、5の検量線でクロピラリドの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

## 8. 操作条件

### LC/MS

カラム：トリアコンチルシリル化シリカゲル（粒径5  $\mu$ m）、内径2 mm、長さ250 mm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び1%ギ酸（1：1）混液

イオン化法：ESI（ネガティブ）

主なイオン（ $m/z$ ）：190

保持時間の目安：7分

## 9. 定量限界

0.05 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

クロピラリドを試料から酸性条件下アセトンで抽出する。抽出液を多孔性ケイソウ土カラム、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及び多孔性ケイソウ土カラムで精製し、LC/MSで測定及び確認する方法である。

### 2) 注意点

一律基準レベルの分析を行う場合は、濃縮倍率を高める（抽出液の分取量を増やすか、最終試験溶液の液量を減らす）などの工夫が必要である。

## 11. 参考文献

1) Lauren, D.R., Taylor, H.J., Rahman, A., Analysis of the herbicides dicamba, clopyralid and bromacil in asparagus by high-performance liquid chromatography, Journal of Chromatography, 439, 470-475, 1988

## 12. 類型

C